

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—10542

⑤ Int. Cl.³
C 07 C 93/00
C 07 D 295/08
// C 11 D 1/62

識別記号

庁内整理番号
6956—4H
6917—4C
7419—4H

⑬ 公開 昭和58年(1983)1月21日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑭ 四級アンモニウム塩及びその製法

ベルク・シュレーダーシュトラ
ーセ14

⑯ 特 願 昭57—115627

⑰ 出 願 人 バスフ・アクチエンゲゼルシャ
フト

⑱ 出 願 昭57(1982)7月5日

優先権主張 ⑲ 1981年7月4日 ⑳ 西ドイツ
(DE)㉑ P3126522.7

ドイツ連邦共和国6700ルードウ
イツヒスハーフェン・カーラー
ボツシューストラーセ38

㉒ 発 明 者 ライナー・シュトリツクラ
ドイツ連邦共和国6900ハイデル

㉓ 代 理 人 弁理士 小林正雄

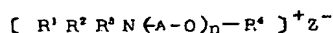
明 細 書

発明の名称

四級アンモニウム塩及びその製法

特許請求の範囲

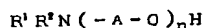
1. 一般式



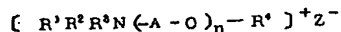
[式中 R^1 及び R^2 は同一でも異なつてもよく、アルキル基、アリール基、アルアルキル基、アルキルアリール基、アルコキシアルキル基又は(ポリ)アルキレングリコール残基の群から選ばれる置換基を意味し、あるいは両者が窒素原子と一緒になつて1個の対応する複素環を形成してもよく、あるいはその際少なくとも2個のアンモニウム基を有する塩となるように R^1 又は R^2 の少なくとも一つが多機能であり; さらに R^3 及び R^4 は、式 $R^5 X$ 又は $R^6 X$ (式中の R^5 及び R^6 は同一でも異なつてもよく、アルキル基、アルケニル基、アルアルキル基又はアルアルケニル基、

そして X はアルキル化性の置換基を意味する)のアルキル化剤の少なくとも一種の、1価の残基、 A は2〜10個の炭素原子を有するアルキレン基、 n は1又はそれ以上の整数、そして2は置換基 X 又は他の塩形成性アニオン又は水酸イオンを意味する]で表わされる四級アンモニウム塩。

2. 一般式



(R^1 及び R^2 は後記の意味を有する)で表わされる、1分子当たり少なくとも1個の水酸基を有する三級アルカノールアミンを、アルキル化剤 $R^5 X$ 及び相転換触媒の存在下にアルキル化剤 $R^6 X$ を用いて同時に又は順次に処理することを特徴とする、一般式、



[式中 R^1 及び R^2 は同一でも異なつてもよく、アルキル基、アリール基、アルアルキル基、アル

キルアリール基、アルコキシアルキル基又は(ポリ)アルキレングリコール残基の群から選ばれる置換基を意味し、あるいは両者が窒素原子と一緒になつて1個の対応する複素環を形成してもよく、あるいはその際少なくとも2個のアニモニウム基を有する塩となるようにR¹又はR²の少なくとも一つが多機能であり; さらにR³及びR⁴は、式R³X又はR⁴X(式中のR³及びR⁴は同一でも異なつてもよく、アルキル基、アルケニル基、アルアルキル基又はアルアルケニル基、そしてXはアルキル化性の置換基を意味する)のアルキル化剤の少なくとも一種の、1個の残基、Aは2~10個の炭素原子を有するアルキレン基、nは1又はそれ以上の整数、そしてZは置換基X又は他の塩形成性アニオン又は水酸イオンを意味する)で表わされる四級アンモニウム塩の製法。

発明の詳細な説明

カチオン性界面活性物質の群のうちで四級ア

ミンを良好な収率で製造することはきわめて困難であり、したがつて対応する四級アンモニウム塩も入手が困難である。

これに対し遊離水酸基を有する(ポリ)アルカノールアミンとそのアンモニウム塩は容易に入手でき、しかもアンモニア又は一級もしくは二級アミンのアルキレンオキシドによるオキシアルキル化を経由して得られ、その場合アルキル化剤を用いる既知の手段によつて、使用したアルカノールアミンと同様になお水酸基を含有している四級アンモニウム塩が得られる。しかしこの四級アルカノールアミンは、多くの用途において簡単なポリアルキルアンモニウム塩より劣る。

従来このアルカノールアンモニウム塩の水酸基をエーテル化しながら良好な収率で末端基閉鎖のポリエーテル四級塩を得ることは、不可能であつた。アルコラート及びアルキル化剤たとえばハロゲン化アルキルからの、ウィリアムソンのエーテル合成の条件下では、四級塩がホフ

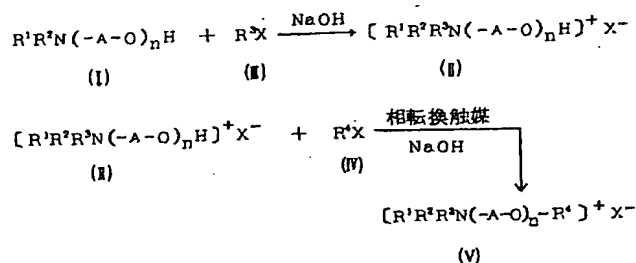
マンニウム塩は、決定的な重要性を認められており、たとえば抗生剤、カチオン活性洗淨剤、建築物の保護及び防食ならびに鉱石製錬における乳化剤、あるいは繊維工業及び皮革工業における染色助剤として用いられている。

四級アンモニウム塩のための出発物質は、アルキル化によりアンモニウム塩になしうる三級アミンである。したがつてその入手しやすさは、対応する三級アミンの入手の容易さに依存する。

三級アミンは、従来主としてアミン/アルコール混合物又はアミン/アルデヒド混合物を、接触水素化アルキル化により製造されている。この反応の代表的な副反応はアルキル交換である。それによつて特に非対称置換アミンの場合に、仕上げ処理が困難な混合生成物が生ずる。特にアルキル化水素化の条件下に、アルコール成分としてのポリアルキレングリコールエーテルをアミンと反応させると、エーテル分裂により混合生成物が得られる。したがつて特定構造の三級アルキル又はアリールポリエーテル

マン分解により分解する。

本発明者らは、相転換触媒の存在下に緩和な条件で、アルキル化剤R³X(III)ならびにR⁴X(IV)を用いて、アルカノールアミン(I)及びアルカノールアンモニウム塩(II)のアルキル化を行うと、定量的に新規な末端基が閉鎖されたポリエーテル四級塩(V)が得られることを見出した。その反応は次式により示される。



明らかに最初の反応はN-アルキル化、そして第二の反応はO-アルキル化と考えられる。その場合置換基R¹及びR²は同一か又は相異なる

るアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アルアルキル基、アルキルアリール基、アルコキシアルキル基又は(ポリ)アルキレングリコール残基を意味し、そのほか R^1 及び R^2 は窒素原子と一緒に、他の異種原子を含有しうる1個の複素環を形成してもよい。

この場合 R^1 及び R^2 は、一緒になつて2個のアルキレン基、オキサアルキレン基又はアザアルキレン基を意味してもよく、それは所望により1個又はそれ以上の一般に短鎖のアルキル置換基を有してもよい。

同様にこの新規四級塩は、置換基 R^1 又は R^2 がさらに三級アミノ基 $-NR^3R^4$ により置換されている多機能アミンから出発する場合は、より多数のアニモニウム基を有することができる。

前記の式においてさらに、 A は2~10個の炭素原子を有するアルキレン基、 X は普通のアルキル化剤の置換基、特にハロゲン原子、(メト)スルファート基又は(アルキル)アリールスルホネート基、 n は1又は2以上の整数特

に1~5を意味しうる。

置換基 R^1 、 R^2 及び R^3 は自体任意の形と大きさを有することができ、したがつてたとえば直鎖状又は分岐状であつてよく、一般には1個、特に2~20個の炭素原子を有するアルキル置換基、6~10個の炭素原子を有するアリール基及び7~20個の炭素原子を有するアルキルアリール基もしくはアルアルキル基、3~100個あるいはそれ以上の炭素原子を有するアルコキシ(ポリオキシ)アルキル基、ならびに2~100個又はそれ以上の炭素原子を有する(ポリ)アルキレングリコール基が、技術上の観点から特に有利なものである。

したがつてアルカノールアミンとしては、アルキレンオキシドとの、アニモニア、一級もしくは二級のアルキルアミン、多価アミン又はポリアミンの反応生成物、たとえばジメチルエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン、ブチルジエタノールアミン、ジエチルエタノールアミン、テトラヒド

ロキシエチルヘキサメチレンジアミン及びそれらの(ポリ)オキシアルキレートが用いられるが、他の原料からのアルカノールアミン、たとえば一ジメチルアミノプロパノール又はジメチルネオペンテノールアミン、 N,N' -ジメチルネオペンタンジアミン及びそれらのオキシアルキル化物も用いられる。アルキレンオキシドとしては、エチレンオキシド、プロピレンオキシド又はブチレンオキシドが用いられる。前記アルカノールアミン及びその他のアミンの多くのものは普通に市販されている。

普通のアルキル化剤 RX (II) 又は R^3X (IV) としては、ハロゲン化アルキル、(アルキル)アリール、ベンジル又は2-アルキレンハロゲン、メトサルファートさらにアルキルスルホネートも用いられる。その例は、塩化ベンジル、塩化メチル、シクロヘキシルブロミド、ジメチル硫酸、 p -トルオールスルホン酸メチルエステルである。

塩基としては、原則的にすべてのアルカリ金

属及びアルカリ土類金属の水酸化物が有効であるが、経済上の理由により苛性ソーダ溶液を用いることが好ましい。

いわゆる相転換触媒としては、関係文献に記載のように四級アニモニウム塩が役立つ(アングワント・ヘミー86巻1974年187~196頁参照)。たとえばトリアルキルベンジルアニモニウム塩又はテトラアルキルアニモニウム塩が知られている。これらアニモニウム塩は、触媒として反応前に添加してもよく、またアルキル化反応の進行中にその場で三級アミンから製造することもできる(たとえばトリエチルアミン及び塩化ベンジルからのトリエチルベンジルアニモニウムクロリド)。

本発明による反応の経過は、一部は自触媒的に、すなわち生成した四級塩がそれ自体のエチル化に触媒作用を与え、したがつて別に相転換触媒を添加する必要なしで進行する。それは反応後の反応混合物の一部を再供給するか、又は特に連続操作において溶剤として使用すること

とにより達成できる。

本反応は1段階で又は好ましくは2段階で実施できる。第1段階は、装入されたアルカノールアミンを、20～160℃好ましくは40～120℃で、アルキル化剤によりアルカノールアンモニウム塩にする四級化(N-アルキル化)である。第2段階においては、アルカリ(10～60%の濃度の苛性アルカリ水溶液が好ましい)の添加後に相転換触媒によるエーテル化(0-アルキル化)が、20～90℃特に30～60℃で起こる。その場合第1段階では、第2段階のアルキル化剤(R¹X)と異なるアルキル化剤(R²X)が装入される。四級化段階及びエーテル化段階においてアルキル化剤が同一であるならば、1段階の反応も可能である。この場合にはアルカノールアミン及び苛性アルカリ溶液ならびに場合により別の相転換触媒と一緒に装入される。前記アルキル化剤は1段階で又は反応の進行程度に応じて加えてよい。四級化段階はアミン価により、エーテル化段階は場合に

をさらに精製するには、多数の生成物のために酢酸エステル又はトルオールからの再結晶が適しており、その際特定融点を有する白色の結晶性生成物が得られる。

本発明の特別な利点は次のとおりである。

1. アミン又はアンモニアから出発して1個の反応室たとえば攪拌釜又は攪拌釜カスケード中で、四級アンモニウム塩が合成されること。
2. 緩和な反応条件であること。
3. 目的生成物の混合物を分離するために、蒸留工程のない簡単な仕上げ処理が可能であること。
4. 特定生成物を目的とする合成で、異性体混合物が得られないこと。
5. 入手困難なトリスアルキルアミンと無関係に四級アンモニウム塩が合成されること。

本発明により得られるポリエーテル四級塩は、四級アンモニウム塩に普通な用途、たとえば繊維助剤、カチオン界面活性剤等に用いることができる。

よりハロゲン化物の遊離により、あるいは取出した試料についてそのヒドロキシル価を調べることにより追跡することができる。

反応は、自体の反応混合物中で、又は適当な溶剤たとえばベンゾール、トルオールクロルベンゾール、四塩化炭素、塩化メチレン等の存在下で、あるいは好ましくは水中で実施することができる。通常は反応は大気圧で行われる。

アルキル化剤のアニオンXは、それぞれ任意の他の無機又は有機のアニオンで置き換えることができる。ハロゲン化物、硫酸塩、磷酸塩、硝酸塩及びカルボン酸塩のアニオンが優れている。

反応混合物の仕上げ処理は、場合により溶剤たとえばイソブタノール、イソプロパノール又は他の苛性アルカリ溶液と混合しないか又はわずかしき混合しない溶剤で希釈したのち、苛性アルカリを除去することにより行われる。まず溶剤を減圧下に蒸発除去することにより、多くの場合ペースト状の粗生成物が得られる。これ

後記の表に例示された個々の物質は、いずれも以下の指示によつて得られる。

三級アルカノールアミン1当量及びベンジルトリエチルアンモニウムクロリド0.03当量を反応器に装入し、必要な四級化温度(表参照)でアルキル化剤1.1当量を徐々に加え、アミン滴定量が0.1ミリval/gより小さくなるまで攪拌する。次いで冷却させ、さらに4.0℃に冷却しながらエーテル化される水酸基のnモルに対し、NaOHを50%水溶液として(n+1)モル添加し、激しく攪拌しながらアルキル化剤をさらに0モル加える。40℃で数時間攪拌を続け、その際場合により、よく攪拌するため水で希釈してもよい。次いで攪拌しながら、全部が溶解する量のイソブタノール及び同量の水を加え、30分間攪拌したのち苛性アルカリ水溶液を流出させる。次いで水洗したのち減圧下で溶剤を留去する。得られたペースト状の粗生成物は、場合により酢酸エステル250～500ml中に注入することにより、沈殿させ、そして吸引濾過することができる。

| | | | | | | | | | |
|----|--|-----|----|-----|--|--|---|---------------|---|
| 7 | トリエタノールアミン 149.2g (1モル) 塩化ベンジル 519.0g (4.1モル) NaOH 160g | 110 | 20 | 364 | $\phi\text{CH}_2\text{N}^+(\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\phi)_3 \text{Cl}^-$ | $\text{C}_{24}\text{H}_{30}\text{NO}_3\text{Cl}$ | 74.5 7.3 28 6.6 (74.8)(7.8)(2.6)(6.5) | 1 109 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=3.6\sim 4.1$ (m, 12H, 5C ₂ H ₅) $\delta=4.5$ (s, 6H, 3 $\phi\text{CH}_2\text{O}$) $\delta=5.1$ (s, 2H, $\phi\text{CH}_2\text{N}$) $\delta=7.2\sim 7.4$ (m, 2OH, ϕ) |
| 8 | テトラヒドロキシエチル エチレンジアミン 256g (1モル) 塩化ベンジル 784g (6.2モル) NaOH 240g | 110 | 24 | 772 | $(\phi\text{CH}_2\text{OC}_2\text{H}_4)_2\text{N}^+\text{C}_2\text{H}_4\text{N}^+(\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\phi)_2$ CH_2CH_2 ϕ ϕ 2Cl^- | $\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_4\text{Cl}_2$ (73.5)(7.3)(3.3) | 74.0 7.1 8.3 (73.5)(7.3)(3.3) | 16 129 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=3.5\sim 4.3$ (m, 2OH, 10H) $\delta=4.6$ (s, 8H, 4 $\phi\text{CH}_2\text{O}$) $\delta=5.3$ (s, 4H, 2 $\phi\text{CH}_2\text{N}$) $\delta=7.2\sim 7.8$ (m, 3OH, ϕ) |
| 9 | ジメチルネオペンタノー ルアミン 131.1g 塩化ベンジル 265.9g (2.1モル) NaOH 80g | 110 | 12 | 188 | $(\text{H}_3\text{C})_2\text{N}^+\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\phi$ CH_3 CH_3 Cl^- ϕ | $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{NOCl}$ | 75.5 8.9 4.0 10.0 (75.6)(9.0)(4.2)(10.6) | 20 94 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=1.3$ (s, 6H, 2CH ₃) $\delta=3.5$ (s, 6H, 2N-CH ₃) $\delta=3.4$ (s, 2H, O-CH ₂) $\delta=3.8$ (s, 2H, N-CH ₂) $\delta=4.5$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ O) $\delta=5.1$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ N) $\delta=7.1\sim 7.7$ (m, 1OH, ϕ) |
| 10 | N,N-ジメチル-O- ヒドロキシエチルエタノ ールアミン 133g 塩化ベンジル 265.9g NaOH 80g | 100 | 12 | 547 | $(\text{H}_3\text{C})_2\text{N}^+(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{CH}_2\phi \text{Cl}^-$ CH_3 ϕ | $\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{NO}_2\text{Cl}$ | 68.5 8.1 8.6 8.4 (68.6)(8.0)(4.0)(10.1) | 4 10 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=3.3$ (s, 6H, 2CH ₃) $\delta=3.7$ (Cl, 8H, 4CH ₂) $\delta=4.5$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ -O) $\delta=5.0$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ -N) $\delta=7.2\sim 7.7$ (m, 1OH, ϕ) |

| | | | | | | | | | |
|----|--|-----|----|-----|---|--|---|---------------|---|
| 11 | N,N-ジメチル-O-ヒ ドロキシエチルイソプロ パノールアミン 147g NaOH 20g | 100 | 12 | 319 | $(\text{H}_3\text{C})_2\text{N}^+\text{CH}_2\text{CH}(\text{OCH}_2\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\phi)$ CH_3 CH_3 Cl^- ϕ | $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{NO}_2\text{Cl}$ | 69.7 8.4 8.6 7.8 (69.3)(8.3)(3.9)(9.8) | 22 114 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=2.2$ (m, 4H, 2CH ₃) $\delta=3.8$ (m, 8H, 4CH ₂) $\delta=4.6$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ O) $\delta=4.9$ (s, 2H, $\phi\text{CH}_2\text{-N}$) $\delta=7.2\sim 7.7$ (m, 1OH, ϕ) |
| 12 | 1-(2-ヒドロキシエ チル)-ピロリジン 115.2g 塩化ベンジル 265.9g NaOH 80g | 100 | 12 | 235 | CH_2CH_2 $\text{CH}_2\text{-CH}_2$ $\text{N}^+\text{C}_2\text{H}_4\text{OCH}_2\phi \text{Cl}^-$ ϕ | $\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{NOCl}$ | 71.9 7.9 3.9 10.4 (72.4)(7.8)(4.2)(10.7) | 12 114 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=2.2$ (m, 4H, 2CH ₃) $\delta=3.8$ (m, 8H, 4CH ₂) $\delta=4.6$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ O) $\delta=4.9$ (s, 2H, $\phi\text{CH}_2\text{-N}$) $\delta=7.2\sim 7.7$ (m, 1OH, ϕ) |
| 13 | 1-(2-ヒドロキシエ チル)-ピペリジン 129.2g 塩化ベンジル 265.9g NaOH 80g | 100 | 12 | 389 | C_2H_5 CH_2 $\text{N}^+\text{C}_2\text{H}_4\text{OCH}_2\phi \text{Cl}^-$ C_2H_5 CH_2 ϕ | $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{NOCl}$ | 72.5 8.1 3.9 10.1 (72.9)(8.1)(4.1)(10.2) | 18 162 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=1.8$ (m, 6H, 3CH ₃) $\delta=3.8$ (m, 8H, 4CH ₂) $\delta=4.6$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ -O) $\delta=7.2\sim 7.8$ (m, 1OH, ϕ) $\delta=5.1$ (s, 2H, ϕ -CH ₂ -N) |

| | | | | | | | | |
|----|---|-----|----|-----|--|--|-----------|--|
| 14 | N,N-ジブチル-N-トリ エチレンジグリコ-NTミ ン 27.03g 塩化ベンジル26.59g NaOH 8.0g | 100 | 12 | 464 | $(H_3C)_2N^+(C_2H_4O)_2CH_2\phi \quad Cl^-$ ϕ $C_{20}H_{32}NO_2Cl$ | 7.03 9.1 2.5 6.4 (7.07) (8.8) (2.9) (7.5) | 15 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=0.8\sim2.1$ (m, 14H, 2C ₂ H ₅) $\delta=3.2$ (m, 4H, 2CH ₂) $\delta=3.9$ (m, 12H, 6CH ₂) $\delta=4.5$ (m, 2H, 6CH ₂ O) $\delta=4.9$ (m, 2H, 6CH ₂ N) $\delta=7.2\sim7.7$ (m, 10H, ϕ) |
| 15 | ペンタヒドロキシエチル ジブチレントリアミン 17.59g 塩化ベンジル25.4g NaOH 12.0g | 100 | 20 | 571 | $(\phi CH_2OC_2H_4)_2N^+(C_2H_4OCH_2\phi)_2CH_2\phi \quad 3Cl^-$ ϕ $C_{27}H_{44}N_2O_5Cl_3$ | 7.51 7.9 5.5 6.4 (7.52) (7.5) (5.6) (6) | 19 | |
| 16 | 3-ジメチルアミノプロ パノール 10.52g 塩化ベンジル26.59g NaOH 8.0g | 100 | 12 | 252 | $(H_3C)_2N^+C_2H_4OCH_2\phi \quad Cl^-$ ϕ $C_{13}H_{20}NOCl$ | 7.09 8.1 4.0 11.4 (7.14) (8.1) (4.4) (11.1) | 19 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=2.2$ (m, 2H, CH ₂) $\delta=3.3$ (m, 6H, 2CH ₂) $\delta=3.6$ (m, 4H, 2CH ₂) $\delta=4.4$ (m, 2H, 6CH ₂ O) $\delta=4.9$ (m, 2H, 6CH ₂ N) $\delta=7.1\sim7.7$ (m, 10H, ϕ) |

| | | | | | | | | |
|----|---|-----|----|-----|---|--|-----------|--|
| 17 | テトラヒドロキシエチル ヘキサメチレンジアミン 14.65g 塩化ベンジル39.25g NaOH 12.0g | 110 | 24 | 412 | $(\phi CH_2OC_2H_4)_2N^+(C_2H_4OCH_2\phi)_2CH_2\phi \quad 2Cl^-$ ϕ $C_{26}H_{40}N_2O_4Cl_2$ | 7.52 8.0 3.0 7.8 (7.54) (7.9) (3.1) (8.0) | 18 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=1.2$ (m, 4H, 2CH ₂) $\delta=1.9$ (m, 4H, 2CH ₂) $\delta=3.2\sim4.2$ (m, 20H, 10CH ₂) $\delta=4.5$ (m, 8H, 46CH ₂ O) $\delta=4.9$ (m, 4H, 26CH ₂ N) $\delta=7.0\sim7.8$ (m, 50H, ϕ) |
| 18 | ヘキサヒドロキシエチル テトラプロピレンジアミ ン 15.84g 塩化ベンジル39.56g NaOH 12.0g | 110 | 24 | 599 | $(\phi CH_2OC_2H_4)_2N^+(C_2H_4OCH_2\phi)_2CH_2\phi \quad 5Cl^-$ ϕ $C_{110}H_{20}N_2O_5Cl_5$ | 7.26 7.7 4.0 5.4 (7.27) (7.5) (3.9) (5.6) | 16 (0) | |
| 19 | トリイソプロパノール アミン 19.18g 塩化ベンジル51.90g NaOH 16.00g | 120 | 24 | 555 | $\phi CH_2N^+(CH_2CH_2OCH_2\phi)_2CH_2\phi \quad Cl^-$ ϕ $C_{27}H_{40}NOCl$ | 7.52 7.9 2.3 6.2 (7.56) (7.8) (2.4) (6.0) | 10 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=1.0$ (m, 9H, 5CH ₃) $\delta=3.4$ (m, 6H, 3CH ₂) $\delta=4.5$ (m, 6H, 36CH ₂ O) $\delta=4.6$ (m, 2H, 6CH ₂ N) $\delta=5.1$ (q, 5H, 3CH) $\delta=6.9\sim7.8$ (m, 20H, ϕ) |

| | | | | | | | | | |
|----|---|-----|----|-----|--|--|--|--------------|---|
| 20 | ジメチルエタノールアミン 119.2g 塩化ベンジル 265.9g NaOH 80g | 100 | 12 | 222 | $\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \\ \\ \text{H}_2\text{C}-\text{N}^+-\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\phi \\ \\ \text{CH}_2 \\ \\ \phi \end{array} \quad \text{Cl}^-$ | $\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_2\text{Cl}$ | 68.5 7.9 4.4 10.8 (68.0) (7.7) (4.2) (10.6) | 176 (167) | CDC1 ₃ 中 $\delta=1.9$ (a, 1H, OH) $\delta=3.2$ (a, 5H, 1CH ₂) $\delta=3.4-4.2$ (a, 8H, 4CH ₂) $\delta=4.5$ (a, 2H, ϕ -CH ₂ O) $\delta=4.9$ (a, 2H, ϕ -CH ₂ N) $\delta=7.1-7.7$ (a, 10H, ϕ) |
| 21 | ジメチルイソプロパノールアミン 105.2g NaOH 80g | 100 | 12 | 317 | $\begin{array}{c} (\text{H}_3\text{C})_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OCH}_2\phi) \\ \\ \phi \end{array} \quad \text{Cl}^-$ | $\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{NOCl}$ | 70.9 8.0 4.1 10.6 (71.4) (8.1) (4.4) (11.1) | 12 (0) | |
| 22 | N-トリデシル-N,N-ビス-O-ヒドロキシエチルエタノールアミン 187.9g 塩化ベンジル 96.2g NaOH 60g | 110 | 24 | 513 | $\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}-\text{N}^+(\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\phi)_2 \\ \\ \phi \end{array} \quad \text{Cl}^-$ | $\text{C}_{22}\text{H}_{41}\text{NO}_4\text{Cl}$ | 74.5 9.4 2.0 4.8 (74.0) (9.4) (2.1) (5.2) | 13 (0) | |
| 23 | ジメチルエタノールアミン 89.1g ジメチル硫酸 126.1g 塩化ベンジル 126.6g NaOH 80g | 60 | 12 | 288 | $\begin{array}{c} (\text{H}_3\text{C})_2\text{N}^+\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\phi \\ \\ \phi \end{array} \quad \text{O}_2\text{SOCH}_2\phi^-$ | $\text{C}_{13}\text{H}_{23}\text{NSO}_2$ | 51.3 7.8 4.5 0.2 (51.1) (7.5) (4.6) (0) | 10 (0) | |

| | | | | | | | | | |
|----|---|----|----|-----|---|--|--|---------------|---|
| 24 | トリエタノールアミン 149.2g (1モル) 塩化アリル 313.6g (4.1モル) NaOH 160g | 50 | 12 | 211 | $\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{N}^+(\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2)_3 \\ \\ \phi \end{array} \quad \text{Cl}^-$ | $\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NO}_3\text{Cl}$ | 61.9 9.5 3.8 10.6 (62.5) (9.3) (4.0) (10.3) | 5 80 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=3.7-4.2$ (a, 12H, 6CH ₂) $\delta=4.3$ (a, 2H, CH ₂ -N) $\delta=4.9-6.2$ (a, 12H, CH=CH ₂) ¹³ C-NMR-スペクトル (CDC1 ₃) $\delta=60$ ppm (5H-CH ₂) $\delta=64$ ppm (5O-CH ₂) $\delta=65$ ppm (1N-CH ₂) $\delta=72$ ppm (5O-CH ₂) $\delta=118$ ppm (5CH=) $\delta=125$ ppm (1CH=) $\delta=130$ ppm (1CH=) $\delta=134$ ppm (5CH=) |
| 25 | ジメチルエタノールアミン 89.1g (1モル) 炭化メチル 284g (2モル) NaOH 80g | 45 | 12 | 142 | $\begin{array}{c} (\text{H}_3\text{C})_2\text{N}^+\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\phi \\ \\ \phi \end{array} \quad \text{J}^-$ | $\text{C}_8\text{H}_{13}\text{NOJ}$ | 29.2 6.2 5.7 51.8 (29.4) (6.5) (5.7) (51.8) | 12 235 (0) | CDC1 ₃ 中 $\delta=3.2$ (a, 9H, N-CH ₃) $\delta=3.5$ (a, 3H, O-CH ₃) $\delta=3.5-4.2$ (a, 4H, CH ₂) |
| 26 | ジエチルエタノールアミン 89.1g (1モル) 臭化エチル 218g (2モル) NaOH 80g | 40 | 12 | 185 | $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{H}_3\text{C}_2\text{N}^+-\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5\text{Br}^- \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$ | $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{NOBr}$ | 42.0 8.9 5.9 34.9 (42.5) (8.8) (6.2) (35.3) | 7 | |

| | | | | | | | | | | | | | |
|----|--|-----|----|-----|--|---|----------------|----------------|--------------|----------------|----|-----|---|
| 27 | ジメチルエタノールアミン 821g (1モル) ローブチルクロリド 1852g NaOH 80g | 90 | 40 | 158 | $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{H}_2\text{C}_2-\text{N}^+-\text{C}_2\text{H}_4\text{OC}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$ | $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NOCl}$ | 60.1 (60.6) | 11.5 (11.8) | 6.0 (5.9) | 14.9 (14.9) | 16 | 112 | <p>CDCl_3 中 $\delta=10$ (s, 6H, C-CH₃) $\delta=12-22$ (m, 8H, C₂H₅) $\delta=34$ (s, 6H, N-CH₃) $\delta=36-39$ (m, 2H, CH₂-O) $\delta=59$ (s, 4H, NC₂H₅O)</p> |
| 28 | トリデシルジエタノール アミン 2876g (1モル) ジメチル硫酸126g (1モル) 塩化ベンジル255g (2モル) NaOH 120g | 110 | 24 | 564 | $\begin{array}{c} \oplus \\ \text{H}_{27}\text{C}_{13}\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OCH}_2\phi)_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$ $(\text{Cl}^-/\text{CH}_3\text{OSO}_3^-)$ | $\text{C}_{32}\text{H}_{65}\text{NO}_2\text{Cl}$ $\text{C}_{32}\text{H}_{65}\text{NO}_2\text{S}$ | 66.7 | 8.7 | 2.4 | 1.4 | 22 | | |
| 29 | フエニルジエタノールア ミン 1872g (1モル) 塩化ベンジル392.5g (5.1モル) NaOH 120g | 110 | 24 | 445 | $\begin{array}{c} \oplus \\ \phi\text{N}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OCH}_2\phi)_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$ Cl^- | $\text{C}_{31}\text{H}_{33}\text{NO}_2\text{Cl}$ | 76.3 (76.3) | 7.2 (7.0) | 8.0 (2.9) | 7.5 (7.5) | 25 | | <p>CDCl_3 中 $\delta=36$ (s, 8H, 2C₂H₅) $\delta=45$ (s, 4H, 2φCH₂) $\delta=45.5$ (s, 2H, 1φCH₂N) $\delta=65-7.5$ (m, 15H, φ)</p> |